UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG

ESCOLA DE ENGENHARIA - EE

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA - PPMEC

MARCEL DIAS DA SILVA

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS TÉRMICOS NA LIGA DE ALUMÍNIO ASTM 7075

Rio Grande

Fevereiro de 2019

MARCEL DIAS DA SILVA

DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS TÉRMICOS NA LIGA DE ALUMÍNIO ASTM 7075

Dissertação apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG, como parte dos requisitos para a obtenção do Título de MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA.

Orientador: Professor Dr. Luciano Volcanoglo Biehl

Rio Grande

Fevereiro de 2019

Ficha catalográfica

Silva, Marcel Dias da. Desenvolvimento de processos térmicos na liga de alumínio ASTM 7075 / Marcel Dias da Silva. – 2019. 73 f.
Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rio Grande/ RS, 2019. Orientador: Dr. Luciano Volcanoglo Biehl.
1. Ligas de Alumínio 2. ASTM 7075 3. Tratamentos Térmicos 4. Envelhecimento 5. Tratamento Criogênico I. Biehl, Luciano Volcanoglo II. Título.

Catalogação na Fonte: Bibliotecário José Paulo dos Santos CRB 10/2344



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG ESCOLA DE ENGENHARIA Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica PPMec



Ata n° 01/2019 da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte e oito dias do mês de fevereiro de dois mil e dezenove, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, às dez horas na sala de videoconferência – NTI, no Campus Carreiros desta Universidade, a que se submeteu o mestrando <u>Marcel Dias da Silva</u>, nacionalidade brasileira, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de Soldagem e Materiais do PPMec, com o seguinte título: DESENVOLVIMENTO DE PROCESSOS TÉRMICOS NA LIGA DE ALUMÍNIO ASTM 7075. Referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores: Jorge Luis Braz Medeiros e José de Souza, sob a presidência do Professor Luciano Volcanoglo Biehl. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

- 1. Luciano Volcanoglo Biehl: APRO VADO
- 2. Jorge Luis Braz Medeiros: ARANNO
- 3. José de Souza:

Foi concedido um prazo de <u>30</u> dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Aprovado

1. Juniano Volcanoglo fiell	
CPF: 575.195.100-00	
2. Pay h V ~	ويستركب أشكر
CPF: 588.871.210-87	
3. June Tune	
CPF: 914626.140-00	

Marcel Dias da Silva: Maul And A

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Universidade Federal do Rio Grande e ao Programa de pósgraduação em Engenharia Mecânica – PPMec pela oportunidade de elaboração deste trabalho e pela infraestrutura oferecida.

Ao orientador Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl pela confiança e tempo dedicado a me ajudar durante o período de realização das atividades.

Ao Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros pela disponibilidade para realização dos tratamentos térmicos e ensaios, e pelos conhecimentos passados ao longo do curso.

Ao Centro Integrado de Análises – CIA da FURG pelo apoio na realização dos tratamentos criogênicos.

Ao Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEMESUL da FURG pela realização dos ensaios de difração de raios x.

Ao Hospital Universitário Dr. Miguel Riet Corrêa Jr., pela disponibilização de horários, e principalmente aos colegas do Setor de Infraestrutura Física desta instituição, pela motivação e parceria ao longo do tempo do programa.

Aos meus pais, por toda educação, ensinamentos e apoio que me permitiram chegar até aqui.

À minha noiva, Fernanda, pela paciência, amizade, compreensão e amor, além do incentivo que permitiu a concretização deste trabalho.

Enfim a todos que de alguma forma contribuíram para o término desta etapa, muito obrigado!

RESUMO

As ligas de alumínio possuem propriedades de alta resistência mecânica e baixo peso específico, o que favorece sua utilização, principalmente, nas indústrias aeroespacial, aeronáutica e automobilística, onde o peso de cada componente é uma importante característica a ser considerada nos projetos. O estudo de tratamentos térmicos em ligas de alumínio de alta resistência tem se desenvolvido ao longo dos anos, expandindo a utilização destes materiais para os mais diversos ramos da indústria. O presente trabalho teve como objetivo a determinação das propriedades obtidas na liga ASTM 7075, submetida aos tratamentos de solubilização e envelhecimento artificial, com as temperaturas de envelhecimento em 150°C e 180°C, o que possibilita tempos de tratamento menores do que os convencionais, permitindo uma maior produção de componentes a partir deste tratamento. O material também foi submetido à um tratamento criogênico para avaliar as propriedades obtidas na liga. Para isso, as amostras fabricadas foram submetidas aos tratamentos térmicos e caracterizadas, antes e depois de cada tratamento, por microscopia óptica, microdureza Vickers e difração de raios X. Os resultados dos ensaios realizados mostraram a importância da distribuição dos precipitados formados durante o envelhecimento da liga, fato evidenciado pela maior quantidade de precipitados obtidos no envelhecimento à 180°C do que neste tratamento à 150°C, apesar de um menor ganho nas propriedades mecânicas utilizando esta temperatura. Os tempos de envelhecimento utilizados no estudo foram suficientes para atingir o pico de dureza nas curvas de envelhecimento, e as máximas durezas obtidas são compatíveis com as encontradas em outros estudos com este material. Quanto ao tratamento criogênico à que a liga foi submetida, não foram observadas alterações significativas nas características do material, mostrando que a contração provocada na estrutura não é suficiente para causar um processo de precipitação dos intermetálicos ainda dissolvidos na matriz.

Palavras-chave: Ligas de alumínio; ASTM 7075; Tratamentos térmicos; Envelhecimento; Tratamento criogênico.

ABSTRACT

Aluminum alloys have properties of high mechanical strength and low specific weight, which favors their use, mainly in the aerospace, aeronautics and automotive industries, where the weight of each component is an important characteristic to be considered in the projects. The study of heat treatments in high strength aluminum alloys has developed over the years, expanding the use of these materials to the most diverse branches of the industry. The present work had the objective of determining the properties obtained in the ASTM 7075 alloy, subjected to the solution and aging heat treatments, with the aging temperatures at 150 °C and 180 °C, which allows for shorter treatment times than conventional ones, allowing a higher production of components from this treatment. The material was subjected also to a cryogenic treatment to evaluate the properties obtained in the alloy. For this, the samples were submitted to the heat treatments and characterized, before and after each treatment, by optical microscopy, Vickers microhardness and X-ray diffraction. The results of the tests showed the importance of the distribution of the precipitates formed during the aging of the alloy, evidenced by the greater amount of precipitate obtained in the aging at 180 ° C than in this treatment at 150 ° C, despite a lower gain in the mechanical properties using this temperature. The aging times used in the study were sufficient to reach the peak of hardness in the aging curves, and the maximum hardness obtained is compatible with those found in other studies with this material. Regarding to the cryogenic treatment to which the alloy was subjected, no significant changes were observed in the characteristics of the material, showing that the contraction induced in the structure is not enough to cause a precipitation process of the intermetallic still dissolved in the matrix.

Keywords: Aluminum alloys; ASTM 7075; Heat treatments; Aging; Cryogenic treatments.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Melhoria da resistência ao escoamento das ligas de alumínio ao longo dos
anos14
Figura 2 – Microestruturas de liga de alumínio 7075 com diferentes composições
(200x de aumento)
Figura 3 – Microestruturas das ligas a) ASTM 7075 e b) ASTM 7075-T626
Figura 4 – Curva de envelhecimento para 150°C, obtida por Jeshvaghani et al27
Figura 5 – Curva de envelhecimento para 180°C, obtida por Kaya et al27
Figura 6 - Curva de envelhecimento para 120 °C, 140 °C e 175 °C, obtidas por
Salamci
Figura 7 – Resultado do ensaio de DRX liga 7075 obtido por Zhao et al. (2004)30
Figura 8 – Resultado de DRX para liga 7075 extrudado à 425°C e resfriado à água
obtido por Taleghani, Navas e Torralba(2014)30
Figura 9 – Resultado de DRX para liga 7075 por Shaeri et al. (2014)31
Figura 10 – Padrão DRX da fase n(MgZn ₂)32
Figura 11 - Variação da temperatura durante o tratamento criogênico
Figura 12 – Fluxograma do procedimento experimental realizado37
Figura 13 – Amostras
Figura 14 – Difratômetro Bruker, D8 Advance40
Figura 15 – Tratamentos térmicos realizados41
Figura 16 – Tratamento térmico de solubilização43
Figura 17 – Forno utilizado nos tratamentos de solubilização e envelhecimento43
Figura 18 – Envelhecimento à 150 °C44
Figura 19 – Envelhecimento à 180 °C45
Figura 20 – Tanque criogênico46
Figura 21 – Tratamento criogênico46
Figura 22 – Microestruturas do material: (a) como fabricado e (b) solubilizado48
Figura 23 – Curva de envelhecimento à 150°C51
Figura 24 – Curva de envelhecimento à 180°C54
Figura 25 – Curvas de envelhecimento à 150 °C e 180 °C55
Figura 26 – DRX amostra solubilizada x amostra envelhecida a 150°C por 8 horas.57
Figura 27 – DRX amostra solubilizada x amostra envelhecida a 180°C por 8 horas.58
Figura 28 – DRX amostras envelhecidas à 150°C e 180°C por 8 horas59

Figura 29 – Curva de envelhecimento à 150°C, antes e depois da criogenia62
Figura 30 – Curva de envelhecimento à 180°C, antes e depois da criogenia64
Figura $31 - DRX$ das amostras envelhecidas à $150^{\circ}C$ por 8 horas, antes e depois da
criogenia65
Figura $32 - DRX$ das amostras envelhecidas à $180^{\circ}C$ por 8 horas, antes e depois da
criogenia

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação das ligas de alumínio de acordo com seu mecanismo de
endurecimento19
Tabela 2 – Composição nominal da liga ASTM 7075 forjada20
Tabela 3 – Propriedades mecânicas modificadas pelo tratamento criogênico obtidas
por Bouzada et al. (2012). (a) Análise paralela à direção de laminação e (b) Análise transversal
à direção de laminação
Tabela 4 – Propriedades mecânicas obtidas por Lulay, Khan e Chaaya (2002)35
Tabela 5 – Tratamento térmico de cada amostra42
Tabela 6 – Microdureza AA7075 como fabricada
Tabela 7 – Microdureza AA7075 solubilizada49
Tabela 8 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 2h)50
Tabela 9 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 4h)50
Tabela 10 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 6h)50
Tabela 11 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 8h)51
Tabela 12 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 2h)52
Tabela 13 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 4h)52
Tabela 14 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 6h)53
Tabela 15 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 8h)53
Tabela 16 – Microdureza AA7075 após tratamento criogênico60
Tabela 17 – Microdureza AA7075 solubilizada após tratamento criogênico60
Tabela 18 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 2h) após tratamento
criogênico
Tabela 19 - Microdureza AA7075 envelhecido (150°C - 4h) após tratamento
criogênico61
Tabela 20 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 6h) após tratamento
criogênico61
Tabela 21 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 8h) após tratamento
criogênico61
Tabela 22 – Microdureza AA7075 envelhecido (180°C – 2h) após tratamento
criogênico
Tabela 23 – Microdureza AA7075 envelhecido (180°C – 4h) após tratamento
criogênico63

LISTA DE SIGLAS E SIMBOLOS

AA	Aluminum Association
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Society for Testing and Materials
DRX	Difração de raios X
GP	Zonas de Guinier Preston
HB	Dureza Brinell
HV	Dureza Vickers
HV _{0,3}	Dureza Vickers com carga de 300 gramas
МО	Microscopia Óptica
SSS	Metal em Estado de Solução Sólida Supersaturada
Т	Temperatura
t	Tempo
T6	Tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial
η'	Fase de transição, metaestável do precipitado MgZn ₂
η	Fase de equilíbrio de MgZn ₂ , com estrutura hexagonal
θ	Ângulo em graus

1 INTRODUÇÃO	14
2 JUSTIFICATIVA	16
3 OBJETIVOS	17
3.1 OBJETIVOS GERAIS	17
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
4 REVISÃO DA LITERATURA	
4.1 LIGAS DE ALUMÍNIO	
4.2 LIGAS DE ALUMÍNIO DA SÉRIE 7XXX	20
4.3 ALUMÍNIO ASTM 7075	20
4.4 TRATAMENTOS TÉRMICOS EM LIGAS ASTM 7075	22
4.4.1 Solubilização e Envelhecimento	
4.4.1.1 Mecanismos de precipitação	24
4.4.1.2 Microestruturas e propriedades resultantes	26
4.4.1.3 Composição de fases após o processo de envelhecimento	29
4.4.2 TRATAMENTO CRIOGÊNICO	
5 MATERIAIS E MÉTODOS	37
5.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
5.2 FABRICAÇÃO DAS AMOSTRAS	
5.3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	
5.3.1 Preparação das amostras para análise metalográfica	
5.3.2 ANÁLISE METALOGRÁFICA ATRAVÉS DE MICROSCOPIA ÓPTICA	
5.3.3 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	
5.3.4 ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X	40
5.4 APLICAÇÃO DOS CICLOS TÉRMICOS	41
5.4.1 Solubilização	42
5.4.2 Envelhecimento	44
5.4.3 CRIOGENIA	45

SUMÁRIO

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES	48
6.1 Solubilização e Envelhecimento	48
6.2 TRATAMENTO CRIOGÊNICO	60
7 CONCLUSÕES	67
8 SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	68
9 REFERÊNCIAS	69

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos os estudos das ligas de alumínio apresentaram grandes avanços possibilitando a utilização destes materiais na produção de diversos tipos de componentes. A crescente busca pelo emprego de materiais com alta resistência mecânica e baixo peso, principalmente na indústria aeronáutica, têm impulsionado o avanço nos estudos para desenvolvimentos de ligas de alumínio.

Este trabalho visou estudar os tratamentos térmicos aplicados na liga ASTM 7075, comparando os efeitos destes nas propriedades obtidas no material.

As ligas de alumínio são utilizadas na fabricação de aeronaves, devido às suas propriedades mecânicas. Estas ligas vêm sendo aprimoradas para o uso na indústria aeronáutica, e, segundo Williams e Starke (2003), o custo de produzir a liga desenvolvida, na pureza necessária, tem muitas vezes atrasado a sua utilização. A Figura 1 mostra esquematicamente a evolução das melhorias de resistência obtidas nas ligas de alumínio ao longo dos anos.





Fonte: Adaptado de Williams e Starke (2003)

Assim, analisar a microestrutura formada neste tipo de liga é preponderante para determinar a possibilidade do uso destes materiais na indústria. Segundo Abdala (2008) as

propriedades dos metais e das ligas são controladas por suas características microestruturais, portanto, para prever a comportamento dos materiais a caracterização adequada da sua microestrutura se faz necessária.

De acordo com Zupanc e Grum (2010), a corrosão superficial tem uma grande influência no envelhecimento de componentes feitos de ligas de alumínio de alta resistência. A resistência à corrosão das ligas de alumínio da série 7xxx também pode ser modificada por tratamento térmico. Sabe-se que, embora as ligas de Al 7xxx com tratamento térmico T6 possuam alta resistência, a sua resistência à corrosão localizada é fraca (LI et al., 2008).

2 JUSTIFICATIVA

O aumento de resistência mecânica obtida a partir dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial na liga ASTM 7075, tem tornado esta uma liga de destaque na disputa industrial pelo desenvolvimento de produtos de alta qualidade. A liga ASTM 7075 tem sido aplicada na fabricação de diversos tipos de componentes, com ênfase para as indústrias aeroespacial, aeronáutica e automobilística.

Segundo Mishra e Sharma (2017), após o tratamento de solubilização, que resulta na dissolução dos elementos de liga na matriz, é realizado o processo de endurecimento por precipitação. Após a solubilização, que proporciona na liga uma solução sólida saturada a temperatura ambiente, mantendo-se o material em uma temperatura mais elevada em menor tempo, ou em temperatura ambiente em maior tempo, se obtêm a formação de precipitados endurecedores da estrutura da liga, melhorando as propriedades mecânicas.

Apesar dos avanços nas propriedades mecânicas obtidas em ligas de alumínio, que atualmente são utilizados em vários segmentos industriais, alguns mecanismos de ganho dessas propriedades, através de tratamentos térmicos, ainda não estão claramente descritos.

O material, objeto do estudo, é parte de um componente duplamente extrudado. O processo de fabricação por extrusão, implica modificações na orientação dos grãos da liga que foi submetida à aos tratamentos térmicos. Este fator cria uma condição diferente da maioria dos estudos de tratamentos térmicos da liga ASTM 7075, que em sua maioria partem de amostras de material fabricados por laminação ou fundidos.

O intuito deste estudo é aplicar o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial (T6) na liga ASTM 7075, com temperaturas de envelhecimento um pouco superior às convencionais, para diminuir o tempo de tratamento. O tempo de produção de peças e componentes é fator importante na indústria, principalmente quando estamos tratando da produção de componentes em série, onde cada segundo ganho no tempo de produção de uma peça reflete na economia de muito tempo ao longo do processo produtivo.

Assim, foi possível determinar a aplicabilidade prática ou não dos parâmetros que foram escolhidos para o tratamento térmico.

Além disso, também são investigados os efeitos do tratamento térmico criogênico nesta liga, que ainda tem resultados divergentes quanto a aplicação em alumínios da série 7xxx.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivos gerais

O intuito do trabalho foi submeter a liga de alumínio ASTM 7075 primeiramente ao tratamento térmico de envelhecimento artificial, partindo do material em seu estado como fabricado e aplicando o tratamento térmico T6 (solubilização e envelhecimento), com diferentes temperaturas de envelhecimento. A partir deste resultado foi analisado o efeito da aplicação do tratamento criogênico, submetendo o material à baixas temperaturas.

As temperaturas do tratamento de envelhecimento artificial investigadas neste estudo foram aumentadas em relação as habituais para proporcionar um menor tempo de tratamento, pensando na possibilidade de aplicação dos parâmetros na produção de peças em larga escala na indústria. A partir dos resultados das propriedades mecânicas obtidas é possível determinar a aplicabilidade destes parâmetros na fabricação de peças e componentes da liga ASTM 7075.

3.2 Objetivos específicos

Este trabalho teve o objetivo de estudar os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial em duas temperaturas e tratamento criogênico, aplicados à liga ASTM 7075, sem tratamentos prévios, para comparação das propriedades obtidas ao final destes processos. Serão analisadas as microestruturas obtidas, propriedades mecânicas e difração de raios X das amostras, com o intuito de:

- Determinar as durezas máximas atingidas durante os processos térmicos e comparálas com a bibliografia da liga ASTM 7075.

- Determinar qual das temperaturas de envelhecimento investigadas apresenta maior ganho de dureza.

- Examinar a quantidade de precipitação forçada durante o processo de envelhecimento artificial aplicado em cada uma das temperaturas.

- Investigar a aplicabilidade dos processos térmicos estudados na fabricação de componentes deste material.

- Determinar a mudança das características da liga ASTM 7075 submetida ao tratamento criogênico.

4 REVISÃO DA LITERATURA

4.1 Ligas de alumínio

O alumínio puro é macio e possui baixa resistência mecânica, podendo se tornar mais resistente, com o fornecimento de uma combinação adequada de elementos de liga. A liga de alumínio devidamente tratada pode possuir uma força cerca de trinta vezes a do alumínio puro. Em termos de força específica (proporção de força em relação à densidade), a de uma liga de alumínio tratada adequadamente é cerca de três vezes maior do que a de um aço estrutural normal (AYE, 2008).

De acordo com Davis (1993), o sistema de identificação de liga de alumínio emprega diferentes nomenclaturas para as ligas forjadas e fundidas, mas divide as ligas em famílias para simplificação.

Para as ligas forjadas, um sistema de quatro dígitos é usado para produzir uma lista de famílias de composição forjada da seguinte forma:

• 1xxx: composição controlada sem elementos de liga (pura);

• 2xxx: ligas em que o cobre é o principal elemento de liga, embora outros elementos, notadamente o magnésio, possam ser especificados;

- 3xxx: ligas em que o manganês é o principal elemento de liga;
- 4xxx: ligas em que o silício é o principal elemento de liga;
- 5xxx: ligas em que o magnésio é o principal elemento de liga;
- 6xxx: ligas em que o magnésio e o silício são os principais elementos de liga;

 7xxx: ligas em que o zinco é o principal elemento de liga (embora outros elementos, como cobre, magnésio, cromo e zircônio, podem ser especificados);

• 8xxx: ligas que caracterizam composições diversas. As ligas da série 8xxx podem conter quantidades apreciáveis de estanho, lítio e / ou ferro;

• 9xxx: reservado para uso futuro.

As ligas de alumínio tratáveis termicamente (endurecíveis por precipitação) incluem as séries 2xxx, 6xxx, 7xxx e alguns dos alumínios 8xxx. (DAVIS, 1993)

De acordo com Immarigeon, et al. (1995), as ligas endurecíveis por precipitação dependem de que os precipitados sejam finos e tenham uma dispersão adequada para o aumento de resistência, cuja morfologia e distribuição ditarão propriedades mecânicas e resposta dos materiais. Sua microestrutura pode ser controlada por tratamento térmico e podem ser

produzidas uma variedade de condições microestruturais, que permitem que requisitos específicos de cada projeto sejam atendidos.

Cada série de alumínio é caracterizada pelos seus elementos de liga, assim cada uma delas apresenta uma característica quanto à possibilidade de tratamentos para melhorar as suas propriedades mecânicas. A Tabela 1 apresenta a classificação das ligas de alumínio de acordo com seu mecanismo de endurecimento.

Elementos de liga	Série do alumínio			
Ligas endurecíveis por trabalho à frio				
Al puro	1xxx			
Al-Mn	3xxx			
Al-Si	4xxx			
Al-Mg	5xxx			
Al-Fe	8xxx			
Al-Fe-Ni	8xxx			
Ligas endurecíveis por precipitação				
Al-Cu	2xxx			
Al-Cu-Mg	2xxx			
Al-Cu-Li	2xxx			
Al-Mg-Si	6xxx			
Al-Zn	7xxx			
Al-Zn-Mg	7xxx			
Al-Zn-Mg-Cu	7xxx			
Al-Li-Cu-Mg	8xxx			

Tabela 1 – Classificação das ligas de alumínio de acordo com seu mecanismo de endurecimento.

Fonte: Adaptado de Davis (1993)

Segundo Durson e Soutis (2014), as ligas Al-Zn da série 7xxx são geralmente utilizadas onde o principal parâmetro limitador do projeto é a resistência, enquanto que as ligas Al-Cu da série 2xxx são usadas para aplicações críticas de fadiga, uma vez que estas ligas são mais tolerantes a danos cíclicos.

4.2 Ligas de alumínio da série 7xxx

Os alumínios das séries 7xxx foram amplamente utilizadas como materiais estruturais na indústria aeronáutica devido às suas propriedades abrangentes atraentes, como baixa densidade, alta resistência, ductilidade, dureza e resistência à fadiga (LI et al., 2008).

Segundo Davis et al. (1993), o zinco, em quantidades de 1 a 8%, é o principal elemento das ligas da série 7xxx e, quando associada a uma porcentagem menor de magnésio tem-se como resultado ligas tratáveis termicamente com resistência de moderada a alta. Normalmente, outros elementos, como o cobre e o cromo, são adicionados em pequenas quantidades, para melhorar as propriedades.

As ligas 7xxx de maior resistência exibem resistência reduzida à corrosão sob tensão, e são frequentemente utilizadas com um envelhecimento menos severo para fornecer a combinação de resistência mecânica, resistência à corrosão e resistência a fratura (DAVIS et al., 1993).

4.3 Alumínio ASTM 7075

A liga 7075 Al, que é uma das ligas ultra-alta resistência da série 7xxx (Al-Zn-Mg-Cu), tem sido amplamente utilizada para componentes estruturais nas indústrias aeroespacial e automobilística (MA et al., 2017). A Tabela 2 apresenta a composição nominal da liga ASTM 7075 forjada.

Composição %					
	Al	Zn	Mg	Cu	Outros
ASTM 7075	90,0	5,6	2,5	1,6	0,3

Tabela 2 – Composição nominal da liga ASTM 7075 forjada

Fonte: Adaptado de Davis et al. (1993)

Os elementos de liga são selecionados com base em seu efeito para adequação do uso do material. (RANA; PUROHIT; DAS, 2012)

Em seu estudo, Rana, Purohit e Das (2012) concluiram que a adição de magnésio fornece um reforço substancial e melhora o endurecimento por precipitação das ligas de alumínio, conferindo boa resistência à corrosão e soldabilidade e ainda resistência extremamente alta. O cobre tem um impacto maior na resistência mecânica e dureza das ligas de fundição de alumínio, em ligas tratadas termicamente ou não tratadas, tanto à temperatura ambiente quanto à temperaturas elevadas, ele melhora a usinabilidade das ligas, aumentando a dureza da matriz. O estanho melhora a característica antifricção e a fluidez das ligas de fundição de alumínio. Assim, segundo o autor, a seleção de elementos de liga depende do uso e da exigência dos materiais.

Utami e Chandra (2017) e Aye e Lwin (2008) estudaram os efeitos de tratamentos térmicos nas microestruturas e propriedades mecânicas de diferentes composições de ligas de alumínio 7075. A Figura 2 apresenta as microestruturas encontradas nos dois estudos. Tratamse de microestruturas de ligas de alumínio 7075 fundidos e resfriados rapidamente.

A Figura 2a apresenta a microestrutura da liga de alumínio fundida com 5,5% de Zn e 2,2% de Mg, enquanto a Figura 2b apresenta uma liga de alumínio fundida com 9,63% de Zn, 4,43% de Mg, 5,52% de Cu e 0,14% de Fe.

Figura 2 – Microestruturas de liga de alumínio 7075 com diferentes composições (200x de aumento).





Fonte: Adaptado de Utami e Chandra (2017) e Aye e Lwin (2008)

As microestruturas apresentam diferentes compostos intermetálicos, devido a diferença de composição química, finamente dispostos nos contornos de grão. Segundo Aye e Lwin (2008), a estrutura da rede é formada por partículas de vários compostos intermetálicos formados por combinações de elementos de liga. Alguns desses compostos são solúveis na matriz de alumínio, enquanto outros apresentam leve ou praticamente nenhuma solubilidade.

4.4 Tratamentos térmicos em ligas ASTM 7075

O estudo da transformação das propriedades dos materiais devido a tratamentos térmicos tem se desenvolvido ao longo dos anos. Conforme Lulay, Khan e Chaaya (2002), a ciência de alterar as propriedades dos metais à temperatura ambiente, expondo-os previamente a temperaturas extremas, tem sido amplamente estudada.

Os tratamentos térmicos têm como finalidade causar modificações nas propriedades dos materiais pela alteração do tipo e proporção das fases presentes, pela variação da morfologia dos microconstituintes ou pela variação da concentração e distribuição de defeitos cristalinos (HASKEL; VERRAN, 2010).

O desenvolvimento de tratamentos térmicos em ligas de alumínio tem grande importância para o aumento de possibilidades de utilização deste tipo de material. Segundo Durson e Soutis (2014), a composição química e o controle das características microestruturais, como precipitados, grau de recristalização, tamanho e forma do grão, textura cristalográfica e partículas constituintes intermetálicas, afetam as características físicas, mecânicas e de corrosão das ligas de alumínio.

De acordo com Isadare et al. (2013), as ótimas propriedades mecânicas do alumínio são obtidas por adições de elementos de liga e tratamentos térmicos. Isso promove a formação de pequenos precipitados duros coerentes que interferem com o movimento das discordâncias e melhoram suas propriedades mecânicas. Segundo Yang et al. (2015) o endurecimento da liga de alumínio Al-Zn-Mg-Cu forjada pelo tratamento térmico é predominantemente determinado pelo tipo e tamanho dos precipitados.

Segundo Aye e Lwin (2008), o tratamento térmico que é habitualmente utilizado nas ligas de alumínio é chamado de envelhecimento artificial ou endurecimento por precipitação. O tratamento de envelhecimento é utilizado precedido de uma solubilização dos elementos de liga na matriz de alumínio, caracterizando o processo denominado como T6. De acordo com Karaaslan, Kaya e Atapek (2007), o tratamento térmico no modo T6 (solubilização e envelhecimento) aumenta a dureza e resistência do material.

4.4.1 Solubilização e Envelhecimento

As ligas de alumínio de alta resistência, como a 7075-T6, são amplamente utilizadas em estruturas de aeronaves devido à sua alta relação força-peso, alta usinabilidade e baixo custo (DURSUN; SOUTIS, 2014).

Para possibilitar o endurecimento por precipitação, é necessário, primeiramente produzir uma solução sólida.

O processo pelo qual isso é feito é chamado de tratamento térmico de solubilização, e seu objetivo é solubilizar o máximo dos elementos de liga na matriz de alumínio. Este processo consiste em imergir a liga em uma temperatura suficientemente alta e por um período de tempo suficiente para alcançar uma solução sólida quase homogênea. (DAVIS et al., 1993)

Park e Ardell (1983), mostraram que o tratamento de solubilização aplicado em ligas da série 7xxx provoca a dissolução de partículas de MgZn₂, que são formadas durante o envelhecimento no tratamento T6, e fornecem alta resistência às ligas 7xxx.

A solubilização produz uma condição estrutural instável, sendo aplicada somente às ligas que podem sofrer mudanças na dureza devido ao envelhecimento. Para que seja possível a manutenção dos elementos de liga em solução sólida um rápido resfriamento é realizado no material, criando uma condição metaestável. Assim a liga se mantém no estado monofásico à temperatura ambiente, com os elementos em solução sólida supersaturada.

O tempo requerido para a transferência da carga do forno para o meio de resfriamento deve ser rápido o suficiente para impedir o pré-resfriamento lento na faixa onde ocorre precipitação descontrolada. Para a liga AA7075, esta faixa foi determinada como sendo entre 290°C e 400°C. Na maioria dos casos, para evitar os tipos de precipitação que são prejudiciais às propriedades mecânicas ou à resistência à corrosão, a solução sólida formada durante o tratamento térmico de solubilização deve ser extinta de forma rápida (e sem interrupção) para produzir uma solução supersaturada à temperatura ambiente, que é a condição ideal para o endurecimento por precipitação. (DAVIS et al., 1993)

Após a solubilização e resfriamento do material, para atingir o nível de dureza que possibilite a utilização da liga na indústria, deve-se aplicar o tratamento de envelhecimento.

A etapa de envelhecimento de uma amostra solubilizada é essencial para que ocorra a formação de precipitados finos e dispersos a fim de que se atinja uma maior eficiência no endurecimento da liga, pois estes precipitados impedem o movimento das discordâncias mais eficientemente durante a deformação, fazendo com que as discordâncias tenham que cisalhar ou contornar as partículas de precipitados (SMITH; HASHEMI, 2013).

O controle na precipitação das fases intermetálicas se mostra fundamental para as propriedades obtidas em componentes fabricados a partir da liga AA7075.

A liga AA7075 contém cerca de 5,6% de zinco (Zn) e 2,5% de magnésio (Mg). Estes dois elementos de liga levam ao aumento da resistência desta liga através da formação da fase

intermetálica $MgZn_2$ dentro da estrutura, como resultado do tratamento térmico de envelhecimento (DU et al., 2006).

Fan et al. (2006), estudaram a evolução de estruturas eutéticas em ligas de Al-Zn-Mg-Cu e relataram que várias fases intermetálicas grosseiras como MgZn₂, Al₂Mg₃Zn₃, AlCuMg, Al₂Cu, Al₇Cu₂Fe, Al₁₃Fe₄ e Mg₂Si podem ser formadas abaixo da linha solidus durante a solidificação de ligas de alumínio da série 7xxx fundida como resultado de soluto.

Em seus estudos, Isadare et al. (2015) e Salamci (2001) identificaram nas amostras analisadas precipitados finamente dispersos de MgZn₂ na matriz de alumínio como resultado do tratamento térmico de envelhecimento de ligas de Al-Zn-Mg-Cu.

Como as amostras que passam pelo processo térmico de solubilização e envelhecimento artificial (T6) tem mais contornos de grão do que amostras sem esse tipo de tratamento, nestas há um maior impedimento ao movimento de discordâncias durante a deformação (CALLISTER, 2000).

Durante a deformação plástica, o movimento de deslizamento das discordâncias deve ocorrer através desses limites de grão. Como os grãos policristalinos tem diferentes orientações cristalográficas nos limites dos grãos, um deslocamento passando de um grão para outro terá que mudar sua direção de movimento. Tais mudanças de direção dificultam o movimento e aumentam tanto o limite de escoamento quanto a resistência à tração (ISADARE et al., 2015).

4.4.1.1 Mecanismos de precipitação

O processo de aumento de resistência mecânica promovido pelo tratamento de solubilização e envelhecimento em uma liga de alumínio endurecível por precipitação consiste na máxima solubilização dos elementos de liga na matriz de alumínio seguido de uma precipitação controlada dos mesmos.

Os elementos de liga altamente solúveis do sistema Al-Zn-Mg-Cu das ligas da série 7xxx permitem altos níveis de soluto a serem dissolvidos na matriz, o que, em tratamentos de endurecimento por envelhecimento artificial, poderá produzir altas dureza e resistência. Estas ligas tem comportamento metalúrgico complexos que permitem uma ampla gama de microestruturas e propriedades do material por projeto. (CHINELLA; GUO, 2011)

A precipitação finamente dispersa dos elementos de liga nos contronos de grão dificulta a movimentação de discordâncias o que aumenta a resistência e dureza do material.

De acordo com Lyman e Vander Sande (1976), Hwang e Chou (1997), Marlaud et al. (2010), Tehinse (2014) e Xu et al. (2017), a precipitação em ligas Al-Zn-Mg-Cu foi identificada como: Solução sólida \rightarrow zonas GP $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$. Para a liga 7075, $\eta' e \eta$ são as fases metaestável

e estável de MgZn₂, respectivamente. As zonas GP, são assim conhecidas em refêrencia aos estudos de Guinier (1938) e Preston (1938).

Segundo Marlaud et al. (2010), a fase de equilíbrio η tem a estrutura hexagonal, apresenta composição química de MgZn₂ e aparece em ligas de alumínio da série 7xxx que contém cobre. A composição da fase η' e das zonas GP é objeto de controvérsia, porém os estudos disponíveis levam à conclusão de que ambos contém alguns átomos de Al, e que a proporção Zn:Mg é menor que 2. Tehinse (2014), afirma que alguns estudos apontam que a composição do precipitado intermediário (η') é o mesmo que o precipitado de equilíbrio (η), enquanto que outros pesquisadores mostraram que a composição do precipitado intermediário (η') é mais próximo à zona GP com relação Zn:Mg de 1:1, enquanto que o precipitado de equilíbrio é hexagonal, MgZn₂ e tem relação Zn:Mg de 2:1.

Após o processo de solubilização, o início da precipitação da liga 7075 envolve, de acordo com as referências atuais, primeiramente, a distribuição dos átomos de soluto por difusão na solução sólida supersaturada, seguido da segregação desses átomos nos vários pontos da matriz, formação de pequenos aglomerados cuja concentração é maior que a concentração média da solução sólida, crescimento dos aglomerados, que dão origem a zonas de *Guinier-Preston*, ou zonas GP.

Após o início do envelhecimento, as zonas de Guiner-Preston (GP), que são coerentes com a forma da matriz de alumínio, aparecem como regiões enriquecidas de soluto. É geralmente aceito que as zonas GP podem atuar como as precursoras das estruturas η' , e evoluir para a fase estável η . Apesar do fato de que esta sequência de precipitação tenha sido investigada por vários estudos, resultados esclarecedores sobre a exata estrutura dos precipitados não foram encontrados. (XU et al., 2017)

Depois da formação das zonas GP, como o envelhecimento continua, a difusão de solutos facilita o crescimento dessas zonas para precipitados intermediários, que são esféricos, fases metaestáveis (η'). O aumento da tensão interna induzida pelos precipitados intermetálicos causa perda parcial de coerência com a matriz. Como o envelhecimento continua, precipitados de equilíbrio (η) que são incoerentes com a matriz são formados. A decomposição das zonas GP para η é comum em ligas com alta relação Zn:Mg, como as da liga 7075. (TEHINSE, 2014)

Outras características microestruturais também afetam as propriedades da liga da série 7xxx, como as partículas de outros elementos de liga, que consituem compostos intermermetálicos insolúveis ou que têm solubilidade parcial com base no teor de soluto na solução sólida. Devido à incoerencia com a matriz, essas partículas não são eficazes para o endurecimento, podendo favorecer o crescimento de trincas, reduzir a resistência à fadiga e a tenacidade. Segundo Tehinse (2014), na liga 7075, Al₇Cu₂Fe, SiO₂, Al₁₂(Fe,Mn)₃Si, Al₂₃CuFe₄, Al₆(Fe,Mn), Mg₂Si, são os compostos mais comuns.

4.4.1.2 Microestruturas e propriedades resultantes

İpekoğlu et al. (2012) estudou o efeito do tratamento térmico na soldabilidade do material em soldagem por atrito, utilizando placas da liga de alumínio ASTM 7075. Para isso foram analisadas placas de alumínio ASTM 7075 na condição recozida e com o tratamento T6 (solubilizada e envelhecida). A liga em questão possui 5,61% de Zn, 2,48% de Mg, 1,46% de Cu, 0,24% de Fe, 0,19% de Cr, 0,12% de Si e 0,1% de outros elementos.

A Figura 3 apresenta a microestrutura da liga nas condições recozida (Figura 3a) e solubilizada e envelhecida (Figura 3b).

Figura 3 - Microestruturas das ligas a) ASTM 7075 e b) ASTM 7075-T6



Fonte: Adaptado de İpekoğlu et al. (2012)

As microestruturas do material consistem em grãos alfa, contendo indesejáveis partículas não-homogêneas, ricas em ferro e silício, na forma de partículas constituintes grosseiras, como Al₇Cu₂Fe, Al₁₂Fe₃Si e Mg₂Si. (İPEKOĞLU et al., 2012)

Jeshvaghani et al. (2011) e Kaya et al. (2012), em seus estudos, determinaram inicialmente as curvas de envelhecimento de ligas AA7075, nas temperaturas de 150°C e 180°C, respectivamente. A Figura 4 apresenta a curva de envelhecimento obtida no trabalho de Jeshvaghani et al. (2011), que analisou uma liga AA7075 com 91,07% de Al, 5,20% de Zn, 1,95% de Cu, 1.22% de Fe, 0,25% de Si, 0,23% de Cr e 0,08% de outros elementos.



Figura 4 – Curva de envelhecimento para 150°C, obtida por Jeshvaghani et al.

Fonte: Adaptado de Jeshvaghani et al. (2011)

Jeshvaghani et al. (2011) concluíram que a dureza aumenta para um valor de pico e em seguida diminui gradualmente, atribuindo esse efeito ao superenvelhecimento causado pela precipitação de fases de equilíbrio após o tempo ideal de envelhecimento.

A Figura 5 mostra a curva de envelhecimento levantada no estudo de Kaya et al. (2012), que analisou uma liga AA7075 com 89,6% de Al, 5,48% se Zn, 2,596% de Mg, 1,568% de Cu, 0,549% de Fe, 0,403% de Si, 0,0305% de Zr, 0,014% de Mn, 0,0125% de Cr.



Figura 5 – Curva de envelhecimento para 180°C, obtida por Kaya et al.

Fonte: Adaptado de Kaya et al. (2012)

Kaya et al. (2012), obtiveram como resultado de suas medições de dureza, 102 HV para a amostra solubilizada e 211 HV para a amostra envelhecida por 1 h, o que evidencia o ganho de dureza com o tratamento de envelhecimento à esta temperatura. Quando o tempo de envelhecimento foi aumentado, valores de dureza de 207, 209 e 208 HV foram obtidos para 6, 12 e 24h, respectivamente.

Salamci (2001), estudou a deposição por pulverização de 3 ligas de alumínio da série 7xxx contendo Cobre, Zinco e Magnésio, incluindo a liga 7075. No material da liga 7075 depositado foi aplicado o tratamento de solubilização à uma temperatura de 470°C durante 0,5 horas, em seguida o material foi resfriado em água.

Os valores máximos de resistência obtidos foram 191 MPa 186 Mpa e 147 Mpa à temperaturas de envelhecimento de 120 °C, 140 °C e 175 °C, respectivamente. Os tempos para alcançar os valores máximos de resistência foram 48 h, 24 h e 2 h respectivamente. A Figura 6 apresenta os resultados obtidos pelo autor, para as curvas de envelhecimento nas temperaturas de 120 °C, 140 °C e 175 °C.





Fonte: Adaptado de Salamci (2001)

Estes resultados indicaram que a taxa de envelhecimento aumenta com o aumento da temperatura enquanto os picos de dureza diminuem.

4.4.1.3 Composição de fases após o processo de envelhecimento

Zhao et al. (2004) estudaram as microestruturas e as propriedades mecânicas da liga 7075 utilizando o processo ECAP (*Equal-Channel Angular Pressing*), solubilizada e envelhecida com grãos ultrafinos e grosseiros.

Na análise de DRX das amostras o autor encontrou, além das reflexões do alumínio, um pico largo aproximadamente em $2\theta=20^{\circ}$ e alguns outros picos fracos.

O pico largo com 2 θ em cerca de 20°C corresponde às zonas GP, e os outros picos fracos cujas posições são um pouco menores que os da fase estável hexagonal (η) são da fase hexagonal metaestével (η '), cujos parâmetros de estrutura são um pouco maiores que os da fase (η). (ZHAO et al., 2004)

A Figura 7 apresenta os resultados obtidos por Zhao et al. (2004) para os ensaios de DRX, nela são comparadas as intensidades dos picos que representam as zonas GP das diferetes amostras, indicando que algumas delas possuem maiores fração de volume dessas fases comparativamente.

Na região I, o pico da zona GP a cerca de 20° tornou-se mais fraco o que indica a dissolução das zonas GP. Na região II, a fase η ' foi formada e no final da região IIA, as intensidades dos picos de η ' (entre os picos de Al (1 1 1) e (2 0 0)) aumentou significativamente, sugerindo precipitação de uma grande quantidade de fase η '. Na região IIB, os picos de η ' foram gradualmente movidos para os da fase η , indicando que parte da fase η ' foi transformada na fase η .

No final da região IIB, o pequeno desvio dos picos aos da fases η indica que existe uma mistura de fases $\eta' e \eta$. Na região III, os picos dos precipitados ficaram mais nítidos e mudaram para posições de fase, sugerindo toda a fase η' transformada na fase η e em partículas grosseiras de η .

Outros autores que obtiveram padrão de DRX semelhante para esta liga foram Taleghani, Navas e Torralba (2014), que estudou o processamento da liga AA-7075 por compactação a frio e extrusão de um pó pré-misturado. Nesse estudo foram analisadas as microestruturas e o padrão DRX obtidos para a liga aquecida a 425°C e temperada à agua. A Figura 8 mostra o resultado do ensaio de DRX para esta liga. Apesar de identificar o fase MgZn₂, a temperautra inicial de seu surgimento e a sequencia desta transformação não foram identificadas.



Figura 7 - Resultado do ensaio de DRX liga 7075 obtido por Zhao et al. (2004)

Fonte: Adaptado de Zhao et al. (2004)

Figura 8 – Resultado de DRX para liga 7075 extrudado à 425°C e resfriado à água obtido por Taleghani, Navas e Torralba(2014)



Shaeri et al. (2014) apresentam dados obtidos a partir de ensaios de DRX para a liga 7075 utilizados para identificação de fases pré-ECAP e pós-ECAP, bem como amostras solubilizadas e na condição T6. Os dados de DRX da amostra solubilizada foram utilizadas para determinar o ângulo exato 20 dos picos de η (MgZn2). Shaeri et al. (2014) indicam, assim como Zhao et al. (2004) que o pico localizado aproximadamente em 20=20° corresponde às zonas GP e que os picos na faixa entre 40° e 45° cujas posições são um pouco abaixo do difratograma de η correspondem à fase metaestável hexagonal de transição η '.

A Figura 9 apresenta os resultados do ensaio de DRX realizado por Shaeri et al. (2014), indicando que o pico que representa a zona GP pode ser visto no padrão DRX da amostra solubilizada, tornando-se muito fraco no padrão DRX das outras amostras. Portanto pode-se concluir que uma quantidade considerável de zonas GP foi transformada em η' e η após os tratamentos estudados. Da mesma forma, os resultados de DRX demonstram que os picos de η' foram movidos para os da fase η , indicando que uma quantidade significativa de fase η está presente nas amostras pós-tratamento.

A intensidade dos picos de η'/η revela que a fração volumétrica de η'/η na amostra T6, bem como na amostra envelhecida à 120 °C (393 K) é menor que a das outras amostras, enquanto que a amostra envelhecida à 150 °C (423 K) atinge a maior fração de volume das fases η'/η . Em geral, pode-se deduzir dos resultados de DRX, que os precipitados na amostra T6 e nas amostras envelhecidas a 120 °C (393 K) são compostas por zonas GP e η' , enquanto que os precipitados em amostras envelhecidas pré e pós-ECAP são compostas principalmente de η .



Figura 9 – Resultado de DRX para liga 7075 por Shaeri et al. (2014)

As análises dos resultados de DRX apresentadas por Zhao et al. (2004), Taleghani, Navas e Torralba (2014) e Shaeri et al. (2014) baseiam-se nas alterações de fases presentes no material, provocadas pelos tratamentos pós-solubilização, forçando a sequência de precipitação: zonas $GP \rightarrow \eta' \rightarrow \eta$.

Para essa análise é necessário conhecer os padrões de DRX das fases envolvidas. Como na liga 7075, o principal precipitado é a fase η (MgZn₂), de posse dos padrões da matriz de alumínio, das zonas GP, e da fase estável η , é possível analisar comparativamente o desenvolvimento do processo de precipitação na liga 7075.

De acordo com Berg et al. (2001) e Li et al. (1999), a fase de equilíbrio η tem estrutura cristalina hexagonal ($\alpha=\beta=90^\circ$ e $\gamma=120^\circ$), com a= 0,521nm e c= 0,860nm. A partir destes estudos é possível deduzir, através da lei de Bragg, um padrão de DRX para a fase η (MgZn₂), apresentado na Figura 10.



Figura 10 – Padrão DRX da fase n(MgZn₂)

Fonte: Jain e Ong (2013)

Na Figura 10 podem ser observadas as intensidades dos picos da DRX da fase η (MgZn₂).

4.4.2 Tratamento criogênico

O tratamento criogênico consiste no resfriamento gradual do material até a temperatura definida no processo, mantendo-o nesta temperatura por um determinado tempo e depois leválo progressivamente de volta à temperatura ambiente. O objetivo é obter uma melhoria das propriedades mecânicas, tipicamente na dureza e resistência ao desgaste, mas também no limite de fadiga e para alcançar uma ótima relação entre propriedades conflitantes como dureza e tenacidade (PAVAN et al., 2014).

A Figura 11 mostra as temperaturas típicas em um tratamento térmico criogênico em função do tempo.



Figura 11 - Variação da temperatura durante o tratamento criogênico.

Fonte: Adaptado de Pavan et al. (2014)

A ideia para os aços é liberar a estrutura da austenita retida, que é a fase macia e dúctil do aço. Geralmente, a transformação completa de austenita em martensita é desejada pois a martensita resiste à deformação plástica muito melhor do que a austenita.

De acordo com Zhirafar (2005), vários pesquisadores concordaram que o tratamento criogênico pode melhorar o desempenho de peças de aço carbono. Eles descobriram que a austenita retida de alguns aços-ferramenta transformou-se em martensita durante esse tratamento.

Apesar destes estudos a respeito do efeito de tratamentos criogênicos em aços, não foram encontradas muitas informações na literatura científica sobre o efeito destes tratamentos em ligas de alumínio. Segundo Baldissera e Delprete (2008), o tratamento criogênico em ligas metálicas tem sido amplamente estudado, principalmente para aços. Quanto às ligas de alumínio endurecíveis por precipitação, poucos estudos foram realizados para determinação dos efeitos do tratamento nestes materiais.

O tratamento térmico de ligas de alumínio é geralmente limitado à solubilização e à um tratamento térmico de precipitação, que pode afetar a resistência e a dureza das ligas. As propriedades mecânicas das ligas alumínio também podem ser melhoradas através de trabalho a frio. (ZHIRAFAR, 2005)

Ainda de acordo com Zhirafar (2005), algumas especulações foram relatadas com relação ao efeito do tratamento criogênico, onde a matriz de alumínio sofre contração que resulta em dois efeitos: primeiro pode-se fechar alguns pequenos defeitos internos como microporosidades ou vacâncias e também pode-se reduzir o parâmetro de rede, levando à expulsão dos átomos de soluto e assim gerar mais fração de volume de precipitados. Ambas as possibilidades aumentam a resistência do material.

Outro fator a se considerar é a homogeneidade do material obtida após o tratamento criogênico. Segundo Chen et al. (2000), mudanças lentas de temperatura podem causar compressão e expansão térmica igualmente do núcleo à superfície, liberando tensões residuais e estabilizando a liga de forma homogênea. Este processo pode levar até 48 horas para manter toda a massa em equilíbrio ao longo do ciclo térmico aplicado.

Em seu estudo, Chen et al. (2000), investigaram a influência do tratamento criogênico na tensão residual de ligas de alumínio. O tratamento aplicado foi à uma temperatura de -184 °C permanecendo nesta por 24 horas, depois retornando gradualmente à temperatura ambiente. Quanto à dureza e resistência à tração foram observados pequenos aumentos com relação ao material original.

Bouzada et al. (2012) examinaram o efeito do tratamento criogênico nas propriedades mecânicas e tensões residuais em amostras de alumínio ASTM 7075-T6. Neste estudo foram analisados os efeitos em uma liga ASTM 7075 com 6,09% de Zn, 2,57% de Mg, 1,57% de Cu, 0,19% de Cr, 0,13% de Fe, 0,07% de Si, 0,04% de Ti, 0,01% de Mn e 0,01% de Ni, do tratamento térmico utilizando um processo criogênico de vários estágios em imersão isotérmica à temperatura de -175 °C.

A resistência à tração e a dureza foram medidas para determinar o efeito do tratamento térmico criogênico. Ambos os testes foram realizados em temperatura ambiente. A Tabela 3 mostra as características mecânicas obtidas antes e depois do tratamento criogênico.

uneção de faminação.					
	Limite de escoamento		Limite de resistência à		Dureza
Amostra	0,2%	(MPa)	tração	(MPa)	(HB)
	(a)	(b)	(a)	(b)	~ /
ASTM 7075-T6	515	515	573	578	175
ASTM 7075-T6 após tratamento criogênico	517	511	575	579	174

Tabela 3 – Propriedades mecânicas modificadas pelo tratamento criogênico obtidas por Bouzada et al. (2012). (a) Análise paralela à direção de laminação e (b) Análise transversal à direção de laminação.

Fonte: Adaptado de Bouzada et al. (2012)

Bouzada et al. (2012) concluíram que o tratamento criogênico não produziu alterações mecânicas no material, entretanto, foi percebido um pequeno aumento da precipitação nos contornos de grão, o que pode ser suficiente para melhorar a resistência à fragilização por corrosão sob tensão. Além disso, o tratamento produziu tensões compressivas na superfície, que poderiam contribuir para melhorar o comportamento quando submetido à fadiga.

Lulay, Khan e Chaaya (2002) também investigaram os efeitos deste tipo de tratamento térmico aplicado a liga ASTM 7075-T651. O tratamento consistiu em manter as amostras à - 196 °C para dois períodos de tempo: 2h e 48h, todos os testes para a determinação das propriedades mecânicas foram realizados à temperatura ambiente. A Tabela 4 apresenta os valores das propriedades mecânicas avaliadas no estudo obtidas com o tratamento térmico.

Tabela 4 – Propriedades mecânicas obtidas por Lulay, Khan e Chaaya (2002)

	ASTM 7075-T651	Após 2h	Após 48h
Limite de proporcionalidade (MPa)	484	485	491
Limite de escoamento 0,2% (MPa)	530	530	534
Limite de resistência (MPa)	583	583	585
Dureza (R _B)	91,3	91,1	90,8

Fonte: Adaptado de Lulay, Khan e Chaaya (2002)
Os dados obtidos mostraram que não houveram efeitos significativos sobre as propriedades como resultado de um tratamento criogênico de 2h, e houve um ligeiro aumento de resistência e uma pequena diminuição da dureza como resultado do tratamento de 48h.

Segundo Baldissera e Delprete (2008), o tratamento criogênico já foi estudado em amostras da liga de alumínio 7075, mas os autores não encontraram nenhum impacto nas propriedades de resistência à tração e dureza, durante as análises realizadas sobre a estrutura do material.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 Procedimento experimental

Este trabalho visa analisar os efeitos dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial e o tratamento criogênico para a liga AA-7075. Para possibilitar estas análises, o trabalho seguiu o procedimento descrito no fluxograma da Figura 12.



Figura 12 - Fluxograma do procedimento experimental realizado.

Fonte: Próprio autor.

A partir do material selecionado para o estudo, foram fabricadas as amostras. Algumas delas foram utilizadas para caracterização do material como fabricado. Após cada processo térmico foram sendo separadas amostras para possibilitar as análises.

5.2 Fabricação das amostras

O material estudado foi cortado, gerando as amostras utilizadas ao longo do trabalho. As amostras foram fabricadas nas dimensões aproximadas de 20x10x6 mm. Nos cortes foi utilizado a cortadeira metalográfica BUEHLER Abrasimet.

Ao todo foram fabricadas 30 amostras. Três destas foram utilizadas para a caracterização inicial do material, e o restante passou pelos ciclos térmicos propostos para posterior análise, para possibilitar a verificação das mudanças das características mecânicas obtidas. A Figura 13 apresenta as amostras fabricadas.



Figura 13 - Amostras

Fonte: Próprio autor.

5.3 Caracterização das amostras

A caracterização consiste na análise metalográfica, difratometria de raios X e análise das propriedades mecânicas através do ensaio de microdureza Vickers.

5.3.1 Preparação das amostras para análise metalográfica

A preparação para análise metalográfica foi iniciada com o lixamento da superfície de maior área das amostras. Foi realizado o lixamento manual em lixas de granulometria crescentes, sempre mudando o sentido de lixamento em 90º a cada passo, para garantir a retirada das marcas impressas pela lixa anterior. As granulometrias das lixas utilizadas foram 80, 120, 240, 320, 400, 600, 800, 1200.

Depois de lixadas as amostras passaram pelo processo de polimento, utilizando a poltriz universal PRAZIS APL-01. Como abrasivo, foi empregado a pasta de diamante com granulometria de até 2 µm.

O ataque químico à que foram submetidas as amostras foi realizado com o regente Keller, composto de 2 ml de HF (40%), 3 ml de HCI, 5 ml de HNO₃ diluídos em 190 ml de H₂O, por imersão durante um tempo de 15 segundos.

5.3.2 Análise metalográfica através de microscopia óptica

Na microscopia óptica foi utilizado o microscópio OLYMPUS GX 51F. As imagens obtidas pelo microscópio foram analisadas através do *software IMAGEJ*.

Nesta etapa foram obtidas imagens para as amostras em todos os estados, ou seja, após cada um dos processos térmicos que foram desenvolvidos ao longo do estudo. Ao total foram analisadas 20 amostras através da microscopia ótica.

5.3.3 Ensaio de Microdureza Vickers

Para a determinação da dureza das amostras analisadas foi utilizado um microdurômetro SHIMADZU, modelo HMV-2. Foram analisadas a microdureza de todas amostras, permitindo a elaboração de uma curva de dureza em função do tratamento térmico realizado. A carga utilizada nas medições foi de 0,3 kg durante 10 segundos.

Na condição inicial do material, após a solubilização, e depois de cada tipo de envelhecimento aplicado foram realizados 9 ensaios em 3 amostras, totalizando 27 testes para cada um destes estados do material.

Após o tratamento criogênico foram realizados 9 ensaios nas amostras que representam cada um dos estados anteriores afetados pela criogenia. Ao todo, foram realizadas 360 medições nas amostras para levantamento das curvas de envelhecimento do material tratado.

A partir destas medições realizadas, foi calculada a média e o desvio padrão que representam a dureza do material em cada um dos estados da liga AA7075 durante a execução do estudo.

5.3.4 Ensaio de difração de raios X

Foram realizados ensaios de difração de raios X – DRX em uma das amostras na condição solubilizada e para as amostras de maior dureza obtida em cada um dos tratamentos de envelhecimento.

Este ensaio foi realizado utilizando um Difratômetro de Raios X Bruker, D8 Advance, instalado no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul – CEME-SUL da Universidade Federal do Rio Grande – FURG. A Figura 14 mostra o equipamento D8 Advance.

O ensaio foi realizado para determinação de fases e precipitados presentes no material nas diversas condições à que este foi submetido. Para obtenção do difratograma foi utilizado um tubo de cobre, comprimento de onda de 1,5418 Å, voltagem de 40KV e corrente de 40mA, a análise foi realizada com 20 variando de 10° à 90°.



Figura 14 – Difratômetro Bruker, D8 Advance

Fonte: https://cemesul.furg.br/

5.4 Aplicação dos ciclos térmicos

As amostras fabricadas a partir do material estudado passaram pelos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial e criogenia, conforme apresentado na Figura 15. Para possibilitar a execução de todos os processos térmicos foi necessária a confecção de 30 amostras, e estas foram numeradas de 1 a 30 para facilitar a organização do estudo.

Na Figura 15, os números em losangos representam o total de amostras envolvidas em cada processo, os números em quadrados representam a quantidade de amostras retiradas após cada processo térmico para a sua caracterização, e os números em circunferências indicam a quantidade de amostras que foram submetidas ao tratamento criogênico ao final de cada processo.



Figura 15 – Tratamentos térmicos realizados

Fonte: Próprio autor.

Sendo assim, o processo foi iniciado com 30 amostras, das quais 3 foram retiradas na condição inicial. Dessas 3, uma passou pelo tratamento de criogenia, restando 27 amostras, que foram solubilizadas. Após a solubilização, 3 amostras foram retiradas para caracterização neste estado, e novamente uma delas passou pelo processo criogênico, restando 24 amostras. Destas 24 amostras, 12 foram envelhecidas à 150°C e 12 foram envelhecidas à 180°C. Para cada uma das temperaturas o processo de envelhecimento teve duração de 2, 4, 6 e 8 horas. Em cada temperatura e tempo de envelhecimento foram separadas 3 amostras, e uma delas passou pela

criogenia. As amostras foram numeradas de 1 a 30 e o resumo dos tratamentos térmicos aos quais estas foram submetidas é mostrado na Tabela 5.

Con	ıdição Fir	ıal	Amostra			
Con	dição Inic	ial	1,2,3			
So	Solubilização		4,5,6			
2 h		2 h	7,8,9			
0	8 150 °C 4h		10,11,12			
lent	Jo oc lent		13,14,15			
18 B.		8 h	16,17,18			
elhe	2 h		19,20,21			
înve	190.00	4 h	22,23,24			
щ	100 -C	6 h	25,26,27			
		8 h	28,29,30			
Tratam	ento Criog	gênico	3,6,9,12,15,18,21,24,27,30			

Tabela 5 - Tratamento térmico de cada amostra

	Fonte:	Própr	io A	utor
--	--------	-------	------	------

5.4.1 Solubilização

O primeiro tratamento realizado nas amostras foi a solubilização. Das 30 amostras que foram fabricadas para este estudo, 3 foram retiradas na condição inicial, e o restante, passou pelo processo de solubilização.

A solubilização foi realizada, elevando a temperatura da peça até que os coeficientes de difusão dos elementos da liga AA7075 sejam suficientemente altos para proporcionar a dissolução total das fases secundárias que estavam presentes inicialmente na liga, na matriz de alumínio.

Salamci (2001), Isadare et al. (2013) e Yang et al. (2015) utilizaram a temperatura de 470°C para solubilização da liga 7075, por tempos de 0,5 h, 3 h e 1 h respectivamente, enquanto que Kaya et al. (2012) e Jeshvaghani et al. (2011) utilizaram 480°C por 1 h e 475°C durante 50 min respectivamente, em seus estudos para solubilizar os precipitados deste material na matriz de alumínio.

Para garantir a máxima solubilização dos elementos de liga, neste estudo, o material foi submetido à temperatura de 495°C pelo período de 1h, afim de obter uma solução sólida o mais homogênea possível.

Logo após saírem do forno, as amostras foram rapidamente resfriadas, sendo imersas em água à temperatura ambiente. Este procedimento está descrito na Figura 16.



Figura 16 - Tratamento térmico de solubilização.

A Figura 16 representa esquematicamente o processo de solubilização aplicado. Neste tratamento, as amostras foram colocadas no forno, pré-aquecido à temperatura de 495°C, e após atingirem essa temperatura, foram mantidos nessa condição pelo tempo de 1 hora. As amostras saíram do forno diretamente para um rápido resfriamento em água.

Para realização dos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial foi utilizado o forno EDG, modelo 3000-Vácuo, apresentado na Figura 17.

Figura 17 – Forno utilizado nos tratamentos de solubilização e envelhecimento.



Fonte: Próprio autor.

5.4.2 Envelhecimento

As amostras, após passarem pelo processo de solubilização, voltaram ao forno, para o tratamento de envelhecimento artificial. O tratamento de envelhecimento é o que garante o aumento de dureza às amostras, pois precipita controladamente os intermetálicos que estavam solubilizados na matriz de alumínio.

Para realização do estudo diferentes amostras foram submetidas ao envelhecimento em duas temperaturas distintas, para que fosse possível avaliar qual faixa melhor se adapta ao tratamento do material em questão. Baseando-se na revisão da literatura, utilizou-se nesta etapa as temperaturas de 150°C e 180°C. Os tempos do envelhecimento artificial foram definidos de forma que fossem atingidas durezas próximas ao máximo da liga AA7075, evitando tempos elevados para que o tratamento tenha melhor aplicabilidade na indústria pela redução dos custos do processo e possibilidade de aumento de produção.

As amostras de 7 a 18 passaram pelo processo de envelhecimento à uma temperatura de 150 °C. A Figura 18 apresenta esquematicamente como este tratamento foi realizado.





Fonte: Próprio autor.

Conforme pode ser observado na Figura 18, foram retiradas do forno 3 amostras a cada 2 horas de processo. As amostras 7, 8 e 9 foram retiradas do forno após 2 h, as amostras 10, 11 e 12 foram retiradas do forno após 4 h, as amostras 13, 14 e 15 foram retiradas após 6 h,

enquanto que as amostras 16, 17 e 18 foram retiradas do forno com 8 h de tratamento. Todas foram resfriadas ao ar.

As amostras de 19 a 30 passaram pelo processo de envelhecimento à uma temperatura de 180 °C. A Figura 19 apresenta esquematicamente como este tratamento foi realizado.



Fonte: Próprio autor.

Assim como no processo anterior, conforme mostra a Figura 19, foram retiradas do forno 3 amostras a cada 2 horas de processo. As amostras 19, 20 e 21 foram retiradas do forno após 2 h, as amostras 22, 23 e 24 foram retiradas do forno após 4 h, as amostras 25, 26 e 27 foram retiradas após 6 h enquanto que as amostras 28, 29 e 30 foram retiradas do forno com 8 h de tratamento. Novamente, todas foram resfriadas ao ar.

5.4.3 Criogenia

Uma amostra em cada uma das condições resultantes dos diferentes processos de solubilização e envelhecimento aplicados à liga AA7075 foram submetidos ao tratamento criogênico.

Neste processo térmico as amostras foram resfriadas, sendo imersas em nitrogênio líquido. Assim, o material ficou submetido à temperatura de -196 °C, durante 24h. O tempo de

exposição foi definido em 24h de acordo com as referências de Bouzada et al. (2012) e Lulay, Khan e Chaaya (2002).

Para imersão das amostras foi utilizado um tanque criogênico, com capacidade para 20 litros, marca MVE, apresentado na Figura 20.



Figura 20 – Tanque criogênico.

Fonte: Próprio autor.

A Figura 21 mostra o gráfico da temperatura em função do tempo utilizado para este tratamento.



Fonte: Próprio autor.

Como pode ser observado na Figura 21, as amostras, à temperatura ambiente, foram colocadas no tanque, e depois de atingida a temperatura de -196°C, permaneceram no mesmo durante 24h, e então, foram retiradas, e retornaram a temperatura ambiente por exposição ao ar.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 Solubilização e Envelhecimento

Conforme mostrado na Figura 15, o primeiro tratamento à que as amostras foram submetidas foi a solubilização. Pelo período de uma hora as peças foram expostas à temperatura de 495°C para garantir a solubilização dos elementos de liga na matriz de alumínio.

A Figura 22 compara as microestruturas antes e depois do tratamento de solubilização.

Figura 22 – Microestruturas do material: (a) como fabricado e (b) solubilizado.



Fonte: Próprio Autor

A micrografia da amostra antes da solubilização apresenta resultado similar ao encontrado por Ipekoglu et al. (2012), com partículas não-homogêneas, que não contribuem com o ganho nas propriedades mecânicas devido a sua distribuição de forma grosseira. A micrografia da amostra após a solubilização mostra grande redução da quantidade de segunda fase, principalmente da parcela de intermetálicos que formavam precipitados aglomerados, como visto na micrografia do material na condição inicial.

Foram analisadas a dureza e a microestrutura do material como fabricado e após o tratamento de solubilização. A Tabela 6 apresenta os resultados do ensaio de microdureza no material na condição em que foi recebido enquanto a Tabela 7 mostra os resultados após o tratamento de solubilização.

	Tabela 6 – Microdureza AA7075 como fabricada.											
	MICRODUREZAS											
Amostra 1	89,5	89,6	90,5	88,2	89,9	90,3	88,9	88,5	90,2			
Amostra 2	90,4	90,4 91,5 92,7 91,4 92,3 89,1 92,2 90,7 88,9										
Amostra 3	89,8 90,3 92,2 92,6 90,8 91,1 89,5 91,7 91,2											
			Média			90,519	HV _{0,3}					
	Desvio Padrão 1,258 HV _{0,3}											
Fonte: Próprio Autor												

	Tabela 7	– Micr	odurez	a AA7	7075 sc	olubiliz	ada.				
	MICRODUREZAS										
Amostra 4	164	161	162	157	154	160	150	162	158		
Amostra 5 165 156 150 148 149 157 157 152 147 Amostra 6 145 146 152 151 162 155 150 158											
Amostra 6 145 146 152 151 162 155 159 158											
]	Média		1	55,259	HV _{0,3}				
		Desv	vio Pad	rão		5,608	$HV_{0,3}$				
	Fonte: Próprio Autor										

Como podia ser deduzido, somente o tratamento de solubilização já garante algum ganho de dureza e resistência mecânica ao material, conforme pode ser observado nas Tabelas 6 e 7, nas quais são apresentadas as microdurezas médias de 90,52 HV para o material como fabricado e de 155,26 HV para o material solubilizado. Isso acontece pois no material na condição inicial, os elementos de liga estão precipitados de forma descontrolada na matriz, formando regiões ricas destes elementos, com precipitados demasiadamente grandes, o que não contribui com o travamento do movimento das discordâncias pelo material.

Após a solubilização, apenas uma pequena quantidade de precipitados ainda resta no material, depositada nos contornos de grão. Esta composição, ainda instável, pode ser visualizada na Figura 22 (b).

Para determinação dos efeitos criados na microestrutura e nas propriedades da liga AA7075 com o tratamento de envelhecimento artificial, foco deste estudo, primeiramente obteve-se a curva de envelhecimento da liga a partir das amostras solubilizadas. Nesta etapa foi analisada a dureza do material durante o processo térmico de envelhecimento, nas duas temperaturas investigadas.

Aplicando o procedimento descrito no item 5.3.4, foram levantadas as durezas de cada um dos estados das amostras, para possibilitar, a partir das médias, a determinação das curvas de envelhecimento.

A Tabela 8 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 150°C por 2 horas.

Tabela	Tabela 8 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 2h).										
	MICRODUREZAS										
Amostra 7	172	170	175	174	173	173	168	163	168		
Amostra 8	172 174 171 176 163 177 187 173 174										
Amostra 9 179 167 175 183 176 185 174 171 173											
]	Média		1	73,556	HV _{0,3}				
	Desvio Padrão 5,533 HV _{0,3}										
Fonte: Próprio Autor											

A Tabela 9 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 150°C por 4 horas.

Tabela 9	Tabela 9 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 4h).										
MICRODUREZAS											
Amostra 10	186	189	185	193	202	195	189	188	185		
Amostra 11178177190187188183195183186											
Amostra 12 183 191 194 202 192 189 186 184 193											
]	Média		1	88,630) HV _{0,3}				
		Desv	vio Pad	rão		5,901	$HV_{0,3}$				
	Fonte: Próprio Autor										

A Tabela 10 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 150°C por 6 horas.

Tabela 1	Tabela 10 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 6h).										
MICRODUREZAS											
Amostra 13	203	200	202	199	199	198	198	198	195		
Amostra 14196200204196197193192190196											
Amostra 15 192 191 192 202 192 193 195 200 192											
]	Média		1	96,482	2 HV _{0,3}				
		Desv	vio Pad	rão		3,938	HV _{0,3}				
Fonte: Próprio Autor											

A Tabela 11 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 150°C por 8 horas.

As microdurezas médias obtidas para as amostras envelhecidas a 150 °C, apresentadas nas Tabelas 8, 9, 10 e 11, mostram um aumento gradativo, partindo de 155,26 HV na amostra solubilizada, aumentando para 173,56 HV na amostra retirada em 2h, depois para 188,63 HV

na amostra retirada após 4h, atingindo o valor máximo após 6h, com a microdureza média de 196,48 HV, que se manteve na amostra que foi retirada após 8h no forno.

Tabela 1	Tabela 11 – Microdureza AA7075 envelhecida (150°C – 8h).										
MICRODUREZAS											
Amostra 16	193	196	192	185	199	192	197	201	198		
Amostra 17202195194203195197197199192											
Amostra 18	Amostra 18192203197192201199202192200										
		l	Média		1	96,482	2 HV _{0,3}				
	Desvio Padrão 4,289 HV _{0,3}										
	Fonte: Próprio Autor										

A Figura 23 apresenta a curva de envelhecimento do material, submetido à temperatura de 150°C, com a indicação do desvio padrão de cada média de microdureza e a evolução da microestrutura do material durante o tratamento. As micrografias foram obtidas utilizando um aumento de 50 vezes.





Aplicando-se uma linha de tendência na curva de envelhecimento artificial à 150°C, apresentada na Figura 23, observa-se que o pico de dureza para esta curva foi atingido em algum momento entre 6 e 8 horas. Através das micrografias nota-se o aumento da quantidade de precipitados com a passagem do tempo de tratamento, o que justifica o aumento de dureza obtido, pelo efeito de travamento do movimento de discordâncias pelo material que estes precipitados provocam.

A Tabela 12 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 180°C por 2 horas.

Tabela 12 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 2h).

	MICRODUREZAS											
Amostra 19	187	87 183 178 185 181 181 182 181										
Amostra 20	191	181	178	190	188	185	196	187	183			
Amostra 21	187 183 185 183 181 179 183 174 1											
		Média 183,222 HV _{0,3}										
		Desvio Padrão 4,709 HV _{0.3}										
Fonte: Próprio Autor												

A Tabela 13 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 180°C por 4 horas.

MICRODUREZAS											
Amostra 22	192	190	190	194	189	193	188	190	189		
Amostra 23	186 184 188 182 185 184 183 186 188										
Amostra 24	187 184 183 182 184 184 191 186 19										
	Média 187,148 HV _{0,3}										
Desvio Padrão 3,407 HV _{0,3}											
Fonte: Próprio Autor											

Tabela 13 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 4h).

A Tabela 14 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 180°C por 6 horas.

MICRODUREZAS										
Amostra 25	195	191	190	190	199	196	196	196	197	
Amostra 26	193	196	194	192	192	196	197	198	193	
Amostra 27	191	192	195	193	189	191	190	196	197	
]	Média		1	93,889	HV _{0,3}			
		Desv	vio Pad	rão		2,780	$HV_{0,3}$			
Fonte: Próprio Autor										

Tabela 14 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 6h).

A Tabela 15 apresenta os resultados de microdureza do material após a solubilização e envelhecimento à 180°C por 8 horas.

MICRODUREZAS										
Amostra 28	194	197	198	198	194	195	201	203	193	
Amostra 29	191	191 194 202 201 200 193 195 192								
Amostra 30	194 193 197 196 196 192 189 198 1									
]	Média		1	95,593	HV _{0,3}			
Desvio Padrão 3,593 HV _{0,3}										
Fonte: Próprio Autor										

Tabela 15 – Microdureza AA7075 envelhecida (180°C – 8h).

As microdurezas médias obtidas para as amostras envelhecidas a 180 °C, apresentadas nas Tabelas 12, 13, 14 e 15, mostram um aumento gradativo e mais acentuado que nas amostras envelhecidas a 150 °C, partindo de 155,26 HV na amostra solubilizada, aumentando para 183,22 HV na amostra retirada em 2h, depois para 187,15 HV na amostra retirada após 4h, para 193,89 após 6h, atingindo o máximo de 195,60 HV após 8h no forno. A partir dos resultados medidos para as durezas do material, foram montadas as curvas de envelhecimento do material.

A Figura 24 apresenta a curva de envelhecimento do material, submetido à temperatura de 180°C, com a indicação do desvio padrão de cada média de dureza e a evolução da microestrutura do material durante o tratamento. As micrografias foram obtidas utilizando um aumento de 50 vezes.

Assim como observado na Figura 23, na Figura 24 também nota-se o aumento da quantidade de precipitados ao longo do tratamento. Observa-se neste caso, que no tempo de 4 horas já existe uma quantidade significativa de material precipitado. Esta maior quantidade de material precipitado, com tempos menores, comparado ao envelhecimento à 150°C evidencia

que uma maior temperatura de envelhecimento provoca, já no período inicial do tratamento, uma precipitação elevada devido às maiores taxas de difusão que são proporcionadas.



Figura 24 – Curva de envelhecimento à 180°C.

Fonte: Próprio autor.

Após a determinação da curva de envelhecimento para as duas temperaturas estudadas, foi possível compará-las entre si e com as referências, para levantamento do resultado final das durezas máximas obtidas. A Figura 25 mostra o comparativo entre as curvas de envelhecimento do material à 150 °C e 180 °C, onde a curva de envelhecimento à 150 °C é representada por linha contínua e a curva de envelhecimento à 180 °C é representada pela linha traço-ponto.

As curvas mostradas na Figura 25 confirmam a tendência indicada por Salamci (2001), que a taxa de envelhecimento aumenta juntamente com a temperatura, ou seja, quanto maior for a temperatura de envelhecimento aplicada, maior será a taxa de envelhecimento. Assim, aplicando temperaturas mais elevadas no processo de envelhecimento mais rapidamente são atingidas durezas elevadas no material.



Figura 25 – Curvas de envelhecimento à 150 °C e 180 °C.

Fonte: Próprio autor.

Porém, apesar de se obter mais rapidamente o pico de dureza da curva, com a utilização de uma temperatura mais elevada, os picos de dureza atingidos são menores na comparação com os picos da curva de envelhecimento utilizando-se temperaturas menores no processo.

O pico de dureza encontrado para o envelhecimento aplicando 150 °C foi de 196,5 HV com um tratamento de 6 ou 8 h, enquanto que o pico de dureza para o envelhecimento aplicando 180 °C foi de 195,6 HV com um tratamento de 8 h.

Aplicando uma linha de tendência na curva de envelhecimento à 150°C é possível concluir que, provavelmente o pico de dureza da liga tenha sido atingido entre 6 e 8 horas, tempo no qual, não foram examinadas amostras.

Durante o processo de envelhecimento, primeiramente formam-se precipitados de intermetálicos coerentes com a matriz, que não são visíveis nas micrografias. Aumentando a

precipitação, formam-se precipitados incoerentes com a matriz, seguindo o processo indicado na bibliografia como mecanismo de precipitação para a liga 7075: Solução sólida \rightarrow zonas GP $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$.

Em um determinado momento do envelhecimento da liga, dois processos estão ocorrendo, provavelmente em simultaneidade, modificando a dureza final do material. As altas temperaturas à que o material está exposto continuam a garantir a difusão no material, promovendo o prosseguimento do processo de precipitação, o que aumenta a resistência e a dureza da liga. Concomitantemente à este fenômeno, ocorre o coalecimento dos intermetálicos já precipitados, o que diminui a dureza.

Em seguida, o material passa ao ponto conhecido como superenvelhecimento, onde nota-se uma queda na dureza, que se deve ao fato de quase todo soluto já ter sido precipitado, aumentando a formação de precipitados nos contornos de grão de forma que estas segundas fases começam a se agrupar, formando novos precipitados com volumes maiores. Precipitados de volumes maiores possuem menor área de superfície, que é a região que possui maior tensão. O agrupamento de precipitados leva a uma diminuição considerável da dureza.

O ponto próximo a máxima dureza obtida nos experimentos, é o foco da investigação realizada com a difratometria de raios X. A determinação da quantidade de material ainda dissolvido na matriz e de segunda fase já precipitada durante o alcance do pico de dureza do material é o fator preponderante para determinar se o ciclo térmico aplicado é o mais adequado.

Neste momento foram, então, analisadas as difrações de raios X da amostra solubilizada, do pico de dureza da curva de envelhecimento à 150°C (8h de tratamento), e do pico de dureza da curva de envelhecimento à 180°C (8h de tratamento).

A Figura 26 apresenta a comparação entre o padrão de difração de raios X da amostra solubilizada e da amostra envelhecida a 150°C durante 8 horas.

Foram identificados os picos do alumínio, que são maiores devido à grande proporção deste elemento em comparação com os demais, e do principal precipitado encontrado na liga AA7075 solubilizada e envelhecida (estrutura hexagonal, estável, de MgZn₂) de acordo com a bibliografia consultada dos estudos desse material.

Como esperado, observa-se um acentuado crescimento dos picos representativos da fase η (MgZn₂), o que evidencia a precipitação deste intermetálico, que na primeira amostra tinha seus elementos dissolvidos na matriz de alumínio.

Na amostra envelhecida a 150°C por 8 horas, não foram observados os picos citados por Zhao et al. (2004) e Shaeri et al. (2014) com 2θ em aproximadamente 20°, que indicam a presença das zonas GP ou ainda da fase de transição η', que pode ter picos representativos tanto próximos aos das zonas GP como alterar ligeiramente a posição da leitura dos picos de η. Esta ausência de picos de zonas GP, indica que o intermetálico já precipitado encontra-se na fase η.



Figura 26 – DRX amostra solubilizada x amostra envelhecida a 150°C por 8 horas.

Fonte: Próprio Autor

Observando o resultado do DRX da amostra envelhecida à 150°C durante 8 horas juntamente com a curva de envelhecimento do material à esta temperatura, nota-se a tendência de que esse tempo seja superior ao necessário para o alcance das melhores propriedades que são conseguidas aplicando o tratamento de solubilização e envelhecimento com esses parâmetros. Caso o tratamento fosse estendido, haveria grande possibilidade de diminuição da dureza pelo coalecimento dos intermetálicos já precipitados.

Também foi realizada a comparação entre o DRX da amostra apenas solubilizada, e de uma das amostras solubilizada e envelhecida à 180°C durante 8 horas, momento em que obteve-se o pico de dureza do tratamento. A Figura 27 apresenta a comparação entre os resultados de DRX das duas condições.

Um resultado similar foi observado nessa comparação, mostrando um acentuado crescimento dos picos representativos da fase η (MgZn₂). Também não foram identificados os picos em 20 \approx 20°, o que sugere uma precipitação completa dos elementos.



Figura 27 – DRX amostra solubilizada x amostra envelhecida a 180°C por 8 horas.

Aumentando a temperatura do tratamento de envelhecimento pode-se esperar que mais rapidamente seja obtido o final do processo de precipitação, então, uma vez que o DRX da amostra de 150°C em 8 horas apresentou picos definidos de η (MgZn₂), o DRX da amostra de 180°C no mesmo período de tempo tem o resultado dentro do esperado.

A Figura 28 apresenta a comparação entre o resultado do DRX de amostras envelhecidas à 150°C e 180°C durante 8 horas.

Para a amostra envelhecida à 180° C, observa-se picos relativos à fase η (MgZn₂) com intensidades maiores dos que os encontrados na amostra envelhecida à 150° C. Pode-se supor então, uma maior quantidade de precipitados no material envelhecido à 180° C.

Assim, pode-se concluir que aplicando a temperatura de 180°C no tratamento de envelhecimento o superenvelhecimento é atingido mais rapidamente, o que fica evidenciado pela intensidade dos picos relativos aos precipitados após 8 horas do material exposto à esta temperatura. Quando foi aplicada a temperatura de 150°C, demorou-se mais a atingir um nível de dureza que garanta aplicabilidade do material, porém a maior dureza obtida no estudo foi alcançada com essa temperatura.



Figura 28 – DRX amostras envelhecidas à 150°C e 180°C por 8 horas.

Fonte: Próprio Autor

Altas temperaturas garantem altos nível de difusão no material, facilitando a mobilidade dos elementos e por consequência a precipitação. Porém, para atingir o máximo de dureza, a precipitação deve ser realizada de forma controlada, para que os precipitados fiquem dispersos pelo material. Analisando os ensaios de DRX e as curvas de dureza, nota-se que apesar de ter precipitado mais material, a amostra envelhecida à 180°C tem dureza ligeiramente menor do que a envelhecida à 150°C, que apesar de possuir menor fração volumétrica precipitada, tem melhor distribuição dos precipitados pelo material. Esse efeito pode ser observado nas micrografias das amostras.

A alta difusão do processo à 180°C permite alta mobilidade atômica, o que permite maior precipitação, mas também permite que o material que é mais rapidamente precipitado, fique exposto à esta condição por mais tempo, permitindo o agrupamento de precipitados, diminuindo o efeito do barramento do movimento de discordâncias e por consequência diminuindo a dureza e resistência obtida.

6.2 Tratamento criogênico

Após os tratamentos de solubilização e envelhecimento, algumas amostras foram submetidas ao tratamento criogênico, em cada umas das condições dos tratamentos anteriores, para, assim determinar os efeitos desse tipo de tratamento térmico aplicado à liga AA7075.

A Tabela 16 apresenta os resultados de microdureza do material na condição inicial após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 16 – Microdureza AA7075 após tratamento criogênico											
MICRODUREZAS											
Amostra 3 96,1 94,6 94,3 91,6 92,6 97,2 93,4 94,4 95,9											
	Média 94,456 HV _{0,3}										
Desvio Padrão 1,669 HV _{0,3}											
Fonte: Próprio Autor											

A Tabela 17 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 17 – M	icrodurez	za AA7	7075 so	olubiliz	zada ap	oós trat	amento	o criog	ênico		
		М	ICROI	DUREZ	ZAS						
Amostra 6	162	165	151	162	146	145	152	155	159		
	Média 155,222 HV _{0,3}										
		Desv	vio Pad	rão		6,828	$HV_{0,3}$				
		For	nte: Pro	óprio A	utor						

A Tabela 18 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 150°C por 2 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 18 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 2h) após tratamento criogênico

		N	ICROI	JUREZ	AS				
Amostra 9	177	180	175	175	166	179	177	158	178
]	Média		1	73,889	HV _{0,3}		
		Desv	vio Pad	rão		6,806	$HV_{0,3}$		
		For	nte: Pro	óprio A	utor				

A Tabela 19 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 150°C por 4 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

MICRODUREZAS										
Amostra 12	181	190	186	193	185	182	194	196	191	
Média 188,667 HV _{0,3}										
	Desvio Padrão 5,077 HV _{0,3}									
Fonte: Próprio Autor										

Tabela 19 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 4h) após tratamento criogênico

A Tabela 20 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 150°C por 6 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 20 - Microdureza AA7075 envelhecido (150°C - 6h) após tratamento criogênico

		М	ICROI	DUREZ	AS						
Amostra 15	194	190	191	193	194	186	192	195	193		
Média 192 HV _{0,3}											
	Desvio Padrão $2,582 \text{ HV}_{0.3}$										
		For	nte: Pro	óprio A	utor						

A Tabela 21 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 150°C por 8 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 21 – Microdureza AA7075 envelhecido (150°C – 8h) após tratamento criogênico

MICRODUREZAS										
Amostra 18	199	198	191	191	197	193	202	189	191	
Média 194,556 HV _{0,3}										
Desvio Padrão 4,272 HV _{0,3}										
Fonte: Próprio Autor										

A partir das microdurezas médias observadas nas Tabelas 16 a 21, é possível a comparação, das durezas antes e depois do processo térmico de criogenia ao qual a liga foi submetida. Pode-se observar que a esta temperatura, houve uma leve queda na dureza máxima, chegando a 194,6 HV. Com a obtenção das durezas de todas amostras também foi possível a comparação das curvas de envelhecimento. A Figura 29 apresenta o comparativo entre as curvas de envelhecimento da liga AA7075 à 150°C (representada em vermelho) e desde mesmo material após a criogenia (representada em azul).



Figura 29 – Curva de envelhecimento à 150°C, antes e depois da criogenia.

Tempo (h)



Analisando a Figura 29 é possível notar a tendência observada por Lulay, Khan e Chaaya (2002) em seu estudo, de uma leve diminuição da dureza final do material após o tratamento criogênico.

A Tabela 22 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 180°C por 2 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 22 - Microdureza AA7075 envelhecido (180°C - 2h) após tratamento criogênico

MICRODUREZAS										
Amostra 21	176	179	174	179	178	178	173	186	168	
Média 176,778 HV _{0,3}										
Desvio Padrão 4,685 HV _{0,3}										
Fonte: Próprio Autor										

A Tabela 23 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 180°C por 4 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

MICRODUREZAS										
Amostra 24	187	181	178	180	178	179	173	177	172	
	Média 178,333 HV _{0,3}									
		Desvio Padrão 4,163 HV _{0,3}								
Fonte: Próprio Autor										

Tabela 23 – Microdureza AA7075 envelhecido (180°C – 4h) após tratamento criogênico

A Tabela 24 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 180°C por 6 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 24 – Microdureza AA7075 envelhecido (180°C – 6h) após tratamento criogênico

		М	ICROI	DUREZ	AS				
Amostra 27	185	187	187	194	191	189	185	187	185
]	Média		1	87,778	HV _{0,3}		
		Desv	vio Pad	rão		2,897	HV _{0,3}		
		For	nte: Pro	óprio A	utor				

A Tabela 25 apresenta os resultados de microdureza do material solubilizado e envelhecido à 180°C por 8 horas, após passar pelo tratamento criogênico.

Tabela 25 - Microdureza AA7075 envelhecido (180°C - 8h) após tratamento criogênico

		М	ICROI	DUREZ	AS						
Amostra 27	190	189	184	189	184	187	186	187	196		
Média 188 HV _{0,3}											
	Desvio Padrão 3,464 HV _{0.3}										
		For	nte: Pro	óprio A	utor						

A partir das microdurezas médias observadas nas Tabelas 22 a 25, é possível a comparação, das durezas antes e depois do processo térmico de criogenia ao qual a liga foi submetida. Pode-se observar que a esta temperatura, semelhante ao ocorrido no envelhecimento a 150 °C, houve uma leve queda na dureza, desta vez, em todos os pontos analisados, obtendose uma dureza média máxima de 188 HV. Com a obtenção das durezas de todas amostras também foi possível a comparação das curvas de envelhecimento. A Figura 30 apresenta o comparativo entre as curvas de envelhecimento da liga AA7075 à 180°C (representada em vermelho) e desde mesmo material após a criogenia (representada em azul).



Figura 30 – Curva de envelhecimento à 180°C, antes e depois da criogenia.

Fonte: Próprio autor.

Analisando a imagem mostrada na Figura 30 nota-se a mesma tendência observada na por Lulay, Khan e Chaaya (2002), assim como o foi observado na Figura 29, de uma leve diminuição da dureza final do material após o tratamento criogênico.

Durante a execução do tratamento criogênico dois efeitos distintos são esperados em ligas de alumínio endurecíveis por precipitação. Com a contração do material promovida pela exposição à baixas temperaturas, no caso deste estudo à -196,15 °C, ocorre a aproximação dos átomos da matriz de alumínio, o que pode gerar a expulsão de elementos de liga solubilizados na matriz, forçando um processo de precipitação. Porém esta aproximação dos átomos da matriz de alumínio tende a aumentar a energia de ligação entre eles, o que pode dificultar a precipitação dos outros elementos. A quantidade e o tamanho dos elementos de liga dissolvidos é o principal

fator que determina qual dos efeitos descritos terá maior efeito sobre as propriedades finais do material.

Outro fator a se considerar é que os testes de microdureza foram realizados à temperatura ambiente, após o tratamento criogênico, mostrando apenas os efeitos que permanecem na estrutura cristalina da liga depois deste tratamento.

Para responder a estas questões, foram realizados ensaios de DRX para as amostras envelhecidas à 150°C e 180°C durante 8 horas após a criogenia para compará-las com os resultados de DRX das nas mesmas condições antes do tratamento criogenico. A Figura 31 mostra a comparação entre os resultados do ensaio de DRX das amostras envelhecidas à 150°C antes e depois do tratamento criogênico.





Fonte: Próprio autor.

A Figura 32 apresenta a comparação entre os resultados do ensaio de DRX das amostras envelhecidas à 180°C antes e depois do tratamento criogênico.

Em nenhum dos dois casos foi observado mudanças significativas nas intensidades ou posição dos picos relativos ao principal precipitado da liga AA7075. Esse resultado evidencia que a contração da estrutura do material causada pelo tratamento criogênico não foi suficiente para promover uma maior precipitação, mesmo para o caso da amostra previamente envelhecida

à 150°C, que possui alguns elementos de liga que ainda não estão precipitados na forma da fase η (MgZn₂).



Figura 32 – DRX das amostras envelhecidas à 180°C por 8 horas, antes e depois da criogenia.

Fonte: Próprio autor.

7 CONCLUSÕES

Durante o estudo, a liga de alumínio ASTM 7075 foi submetida ao tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial em duas temperaturas (150°C e 180°C) por um tempo máximo de 8 horas, e posteriormente ao tratamento criogênico à uma temperatura de -196 °C durante 24 horas e avaliar as propriedades do material após os processos térmicos.

Foi escolhida uma liga com alta aplicabilidade industrial e os parâmetros dos tratamentos foram definidos de forma que seja possibilitada a utilização na prática deles na fabricação de produtos.

A partir dos resultados obtidos é possível concluir que:

- As durezas máximas atingidas durante os tratamentos de solubilização e envelhecimento artificial são compatíveis com as obtidas por outros autores, o que indica a efetividade dos tratamentos realizados;

- A máxima dureza da liga foi obtida submetendo o material à um envelhecimento artificial com temperatura de 150°C entre 6 e 8 horas.

- Através da análise de DRX, nas amostras envelhecidas artificialmente à 180°C, observa-se picos relativos ao principal precipitado da liga ASTM 7075 com intensidades maiores do que os encontrados na amostra envelhecida à 150°C. Assim, conclui-se que nele existe uma maior quantidade de precipitados. Esse resultado pode é confirmado ao analisar as micrografias nas duas condições.

- Apesar de possuir mais material precipitado, as amostras envelhecidas artificialmente à 180°C tem dureza menor do que as envelhecidas à 150°C. Esse resultado mostra a importância da distribuição dos precipitados pelo material, que distribuídos de forma dispersa, contribuem de forma mais efetiva às propriedades mecânicas obtidas.

- Então, aumentar demasiadamente a temperatura de envelhecimento traz a vantagem de reduzir o tempo do processo, porém não garante a qualidade necessária ao material produzido, principalmente quando estamos tratando desse tipo de material de alto desempenho.

- Não foram observadas mudanças significativas na precipitação utilizando o tratamento criogênico. Esse resultado mostra que a contração provocada pelo processo na estrutura do material não é suficiente para forçar um processo de precipitação. Assim, não se justifica a utilização deste tratamento para liga ASTM 7075 nas condições em que foram testadas.

8 SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para aumentar os avanços no estudo de tratamentos térmicos na liga ASTM 7075, deixa-se as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

- Avaliar as propriedades mecânicas e micrografías em mais pontos do tratamento de envelhecimento, principalmente entre 6 e 8 horas, para que seja possibilitada uma curva de envelhecimento mais precisa justamente no ponto de maior interesse do estudo;

- Aplicar outras temperaturas de envelhecimento entre 150°C e 180°C, para determinar a temperatura que melhor se ajusta ao tratamento do material estudado;

- Utilizar o tratamento criogênico por um tempo maior que as 24 horas para verificar se com tempos maiores é possível obter ganhos nas propriedades mecânicas;

- Alterar o tratamento de solubilização, aumentando o tempo e temperatura para promover uma solubilização mais completa, e avaliar os possíveis ganhos nas propriedades a partir de uma precipitação totalmente controlada.

- Utilizar a liga ASTM 7075 fabricada por laminação, para comparar com os resultados obtidos no presente estudo onde esta liga foi fabricada por um processo de dupla extrusão.

9 REFERÊNCIAS

ABDALA, Márcia Regina W. Schneider et al. Thermoelectrical power analysis of precipitation in 6013 aluminum alloy. Materials Characterization, v. 59, n. 3, p. 271-277, 2008.

ANDREATTA, F.; TERRYN, H.; DE WIT, J. H. W. Effect of solution heat treatment on galvanic coupling between intermetallics and matrix in AA7075-T6. Corrosion Science, v. 45, n. 8, p. 1733-1746, 2003.

AYE, Shwe Wut Hmon; LWIN, Kay Thi; OO, W. W. K. K. The effect of ageing treatment of aluminum alloys for fuselage structure-light aircraft. World Acad. Sci. Eng. Technol, v. 46, p. 696-699, 2008.

BALDISSERA, Paolo; DELPRETE, Cristiana. Deep cryogenic treatment: a bibliographic review. The Open Mechanical Engineering Journal, v. 2, n. 1, 2008.

BERG, L. K. et al. GP-zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging. Acta materialia, v. 49, n. 17, p. 3443-3451, 2001.

BOUZADA, F. et al. Effect of Deep Cryogenic Treatment on the Microstructure of an Aerospace Aluminum Alloy. In: Advanced Materials Research. Trans Tech Publications, 2012. p. 965-970.

CALLISTER, William. Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução. Grupo Gen-LTC, 2000.

CHEN, Po et al. Effects of cryogenic treatment on the residual stress and mechanical properties of an aerospace aluminum alloy. 2000.

CHINELLA, John F.; GUO, Zhanli. Computational thermodynamics characterization of 7075, 7039, and 7020 aluminum alloys using JMatPro. ARMY RESEARCH LAB ABERDEEN PROVING GROUND MD WEAPONS AND MATERIALS RESEARCH DIRECTORATE, 2011.

DAVIS, Joseph R. Et al. Aluminum and aluminum alloys. ASM international, 1993.

DU, Z. W. et al. Quantitative evaluation of precipitates in an Al–Zn–Mg–Cu alloy after isothermal aging. Materials Characterization, v. 56, n. 2, p. 121-128, 2006.

DURSUN, Tolga; SOUTIS, Costas. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. Materials & Design, v. 56, p. 862-871, 2014.

FAN, Xi-gang et al. Evolution of eutectic structures in Al-Zn-Mg-Cu alloys during heat treatment. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 16, n. 3, p. 577-581, 2006.

GUINIER, André. Structure of age-hardened aluminium-copper alloys. Nature, v. 142, n. 3595, p. 569, 1938.

HASKEL, T.; VERRAN, G. O. Tratamento de solubilização da liga A356: efeitos do tempo e da temperatura. In: Anais do 65h ABM International Congress. São Paulo: ABM, 2010.

HWANG, R. Y.; CHOU, C. P. The study on microstructural and mechanical properties of weld heat affected zone of 7075-T651 aluminum alloy. Scripta Materialia, v. 38, n. 2, 1997.

IMMARIGEON, J. P. et al. Lightweight materials for aircraft applications. Materials characterization, v. 35, n. 1, p. 41-67, 1995.

İPEKOĞLU, Güven et al. Investigation of the effect of temper condition on friction stir weldability of AA7075 Al-alloy plates. Mater Technol, v. 46, n. 6, p. 627-632, 2012.

ISADARE, D. A. et al. Effect of As-Cast Cooling on the Microstructure and Mechanical Properties of Age-Hardened 7000 Series Aluminium Alloy. International Journal of Materials Engineering, v. 5, n. 1, p. 5-9, 2015.

ISADARE, D. A. et al. Effect of heat treatment on some mechanical properties of 7075 aluminium alloy. Materials Research, v. 16, n. 1, p. 190-194, 2013.

KARAASLAN, A.; KAYA, I.; ATAPEK, H. Effect of aging temperature and of retrogression treatment time on the microstructure and mechanical properties of alloy AA 7075. Metal Science and Heat Treatment, v. 49, n. 9, p. 443-447, 2007.

KAYA, Hasan et al. The effect of aging on the machinability of AA7075 aluminium alloy. Scientific Research and Essays, v. 7, n. 27, p. 2424-2430, 2012.

JAIN, Anubhav; ONG, Shyue Ping. A. Jain, SP Ong, G. Hautier, W. Chen, WD Richards, S. Dacek, S. Cholia, D. Gunter, D. Skinner, G. Ceder, and KA Persson, APL Mater. 1, 011002 (2013). APL Mater., v. 1, p. 011002, 2013.

JESHVAGHANI, R. Arabi et al. Effects of time and temperature on the creep forming of 7075 aluminum alloy: Springback and mechanical properties. Materials Science and Engineering: A, v. 528, n. 29-30, p. 8795-8799, 2011.

LI, Jin-Feng et al. Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, v. 18, n. 4, p. 755-762, 2008.

LI, X. Z. et al. HREM study and structure modeling of the η' phase, the hardening precipitates in commercial Al–Zn–Mg alloys. Acta materialia, v. 47, n. 9, p. 2651-2659, 1999.

LULAY, K. E.; KHAN, Khalid; CHAAYA, D. The effect of cryogenic treatments on 7075 aluminum alloy. Journal of Materials Engineering and Performance, v. 11, n. 5, p. 479-480, 2002.

LYMAN, C. E.; VANDER SANDE, J. B. A transmission electron microscopy investigation of the early stages of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy. Metallurgical Transactions A, v. 7, n. 8, p. 1211-1216, 1976.

MA, Shaoming et al. Effect of a Minor Sr Modifier on the Microstructures and Mechanical Properties of 7075 T6 Al Alloys. Metals, v. 7, n. 1, p. 13, 2017.

MARLAUD, T. et al. Influence of alloy composition and heat treatment on precipitate composition in Al–Zn–Mg–Cu alloys. Acta Materialia, v. 58, n. 1, p. 248-260, 2010.

MISHRA, R. R.; SHARMA, A. K. Structure-property correlation in Al–Zn–Mg alloy cast developed through in-situ microwave casting. Materials Science and Engineering, v. A688, p. 532-544, 2017.

PARK, J. K.; ARDELL, A. J. Microstructures of the commercial 7075 Al alloy in the T651 and T7 tempers. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 14, n. 10, p. 1957-1965, 1983.

PAVAN, K.M. et al. Effect of cryogenic treatment on the mechanical and microstructural properties of aluminium alloys – a brief study. International Journal of Mechanical and Production Engineering, v. 2, n 5, p. 95-99, 2014.

PRESTON, G. D. The diffraction of X-rays by age-hardening aluminium copper alloys. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, p. 526-538, 1938.

RANA, R. S.; PUROHIT, Rajesh; DAS, S. Reviews on the influences of alloying elements on the microstructure and mechanical properties of aluminum alloys and aluminum alloy composites. International Journal of Scientific and Research Publications, v. 2, n. 6, p. 1-7, 2012.
SALAMCI, Elmas. Ageing behaviour of spray cast Al-Zn-Mg-Cu alloys. Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences, v. 25, n. 6, p. 681-687, 2001.

SHAERI, M. H. et al. Microstructure and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing combined with aging treatment. Materials & Design, v. 57, p. 250-257, 2014.

SMITH, William F.; HASHEMI, Javad. Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais. AMGH Editora, 2013.

UTAMI, Nurhabibah Paramitha Eka; CHANDRA, Hendri. Mechanical properties analysis of Al-9Zn-5Cu-4Mg cast alloy by T5 heat treatment. In: MATEC Web of Conferences. EDP Sciences, 2017. p. 01009.

TALEGHANI, MA Jabbari; NAVAS, EM Ruiz; TORRALBA, José Manuel. Microstructural and mechanical characterisation of 7075 aluminium alloy consolidated from a premixed powder by cold compaction and hot extrusion. Materials & Design, v. 55, p. 674-682, 2014.

TEHINSE, Olayinka. Response of 7075 and 7050 aluminium alloys to high temperature preprecipitation heat treatment. 2014.

WEI, Robert P.; LIAO, Chi-Min; GAO, Ming. A transmission electron microscopy study of constituent-particle-induced corrosion in 7075-T6 and 2024-T3 aluminum alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 29, n. 4, p. 1153-1160, 1998.

WILLIAMS, James C.; STARKE, Edgar A. Progress in structural materials for aerospace systems. Acta Materialia, v. 51, n. 19, p. 5775-5799, 2003.

XU, Xuesong et al. Precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy during isothermal aging: atomicscale HAADF-STEM investigation. Materials Science and Engineering: A, v. 691, p. 60-70, 2017.

YANG, Wenchao et al. Investigation of mechanical and corrosion properties of an Al–Zn–Mg– Cu alloy under various ageing conditions and interface analysis of η' precipitate. Materials & Design, v. 85, p. 752-761, 2015.

ZHAO, Y. H. et al. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing. Acta Materialia, v. 52, n. 15, p. 4589-4599, 2004.

ZHIRAFAR, Saeed. Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of steel and aluminum alloys. 2005. Tese de Doutorado. Concordia University.

ZUPANC, U.; GRUM, J. Effect of pitting corrosion on fatigue performance of shot-peened aluminium alloy 7075-T651. Journal of Materials Processing Technology, v. 210, n. 9, p. 1197-1202, 2010.